# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

# (11)特許出願公開番号

# 特開平9-20631

(43)公開日 平成9年(1997)1月21日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> |       | 識別記号        | 庁内整理番号 | FΙ            |   |                | 技術表示箇所       |
|---------------------------|-------|-------------|--------|---------------|---|----------------|--------------|
| A 6 1 K                   | 7/48  |             |        | A 6 1 K       | 7/48                                    |                | ı,           |
|                           | 7/00  |             |        |               | 7/00                                    |                |              |
|                           | 7/02  |             |        |               | 7/02                                    |                | P            |
| # A 6 1 K                 | 7/032 |             |        |               | 7/032                                   |                |              |
|                           |       |             |        | 審査請求          | 未請求                                     | 請求項の数3         | OL (全 8 頁)   |
| (21)出願番号                  |       | 特願平7-173308 | ·      | (71)出願人       | 0000020                                 | )60 ·          |              |
|                           |       |             |        |               | 信越化等                                    | 学工業株式会社        |              |
| (22)出顧日 平成7年(1995)7月10日   |       | 月10日        |        | 東京都           | 千代田区大手町:                                | 二丁目6番1号        |              |
|                           |       |             |        | (72)発明者       | 桑田(                                     | 蛟              |              |
|                           |       |             |        |               | 群馬県                                     | <b>建米郡松井田町</b> | 大字人見1番地10    |
|                           |       | ~           |        |               |   |                | シリコーン電子材料    |
|                           |       |             |        |               | 技術研究                                    |                |              |
|                           |       |             |        | (72)発明者       |   |                |              |
|                           |       |             |        | (10)          |   |                | 大字人見1番地10    |
|                           |       |             |        |               |   |                | シリコーン電子材料    |
|                           |       |             | ٠      | •             | 技術研究                                    |                | 772 Z 143 FT |
| •                         |       |             |        | (7.4) (h.m. t | • |                | (M 1 B)      |
|                           |       |             |        | (74)代理人       | <b>升程工</b>                              | 山本 亮一          | (外1名)        |
|                           |       |             |        |               |   |                |              |
|                           |       |             |        |               |   |                |              |

# (54)【発明の名称】 化粧料

(57)【要約】

(修正有)

【課題】 シリコーン系の粉体が配合され、伸展性や塗擦感が改良された化粧料の提供。

【解決手段】 シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とする化粧料。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】 前記複合シリコーン粉体が、平均粒径  $0.1\sim100~\mu$  mのシリコーンゴム球状微粒子 100重量部 にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂  $1\sim500$  重量部 を被覆したものである請求項 1 に記載の化粧料。

【請求項3】 前記複合シリコーン粉体が、平均粒径 0.1~100 μmのシリコーンゴム球状微粒子の水分散液 に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させたのち乾燥させて得られたものである請求項1または請求項2に記載の化粧 料

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコーンゴム球 状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆 した複合シリコーン粉体を配合することにより、伸展 性、塗擦感が改良されたメイクアップ化粧料、パウダー 状化粧料等の化粧料に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来から、粉体を配合した化粧料が一般 に広く用いられているが、これらは肌に対する伸展性、 **塗擦感の改良が求められている。この要請に対して、無** 機複合粉体をフッ素化合物で処理したもの(特開平6-79 163 号公報参照)、粉体類をメチルハイドロジェンポリ シロキサンなどで処理したもの(特開平5-112430号公報 参照)、アクリルシリコーン系グラフトコポリマー被覆 の疎水性粉体(特開平5-339125号公報参照)、金属酸化 物被覆のチタン酸カリウムからの体質顔料(特開平5-16 3117号公報参照)、ハイドロジェンポリシロキサンで表 面処理したキトサン粉末 (特開平5-86102 号公報参 照)、窒化物の微小板状基体を染料/金属酸化物で被覆 した顔料(特開平5-279594号公報参照)、鱗片状シリカ (特開平6-87720 号公報参照)、コラーゲン繊維の超微 細粉体(特開平6-107522号公報参照)、フォトクロミッ ク性をもつ酸化チタン系化合物 (特開平5-17152 号公報 参照)、球状微粒子のポリアミド粉体(特開平5-70598 号公報参照)などを配合した化粧料が提案されている。 しかしながら、これらの粉体はいずれも特性が不充分で あったり、製造が困難なため品質が不安定であったりす るものであった。

【0003】また、シリコーン樹脂粉体としてポリメチルシルセスキオキサン粉末を配合したメイクアップ化粧料が提案されており(特開昭63-297313号公報参照)、ある程度の特性向上が可能であるが、塗擦感に劣るものであった。さらに、従来のシリコーンゴム粉体は、それ自体の柔軟性は良好なものの、化粧料に配合した時に伸

展性や塗擦感を向上させることができなかった。 【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】前記のような状況から、本発明は、化粧料に配合するためのシリコーン系の 粉体について検討し、この粉体を用いて伸展性や塗擦感 が改良された化粧料を開発することを目的としてなされ たものである。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の課題を解決するため鋭意検討を行った結果、本発明に到達し課題を解決したのであり、この本発明の化粧料は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した複合シリコーン粉体を含有することを特徴とするものである。以下に本発明についてさらに詳細に説明する。

【0006】本発明で使用する複合シリコーン粉体は、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆したものである。本発明の目的を達成するためには、前記シリコーンゴム球状微粒子の平均粒径は 0.1~100 μmであることが好ましく、特には1~30μmであることが好ましい。また、このシリコーンゴム球状微粒子 100重量部に対しポリオルガノシルセスキオキサン樹脂1~500 重量部を被覆することが好ましい。ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂で被覆する方法としては、前記シリコーンゴム球状微粒子の水分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシカを発明で使用するのに好適なものを製造することができて

【0007】このシリコーンゴム球状微粒子は、分子構造式中に一般式(1)

### $-(R_1^2SiO)_a - \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot (1)$

(ここにR1はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル 基などのアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリ ール基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、βー フェニルエチル基、β-フェニルプロピル基などのアラ ルキル基、クロロメチル基、3,3,3-トリフルオロ プロピル基などの1価ハロゲン化炭化水素基、さらには エポキシ基、アミノ基、メルカプト基、アクリロキシ 基、メタクリロキシ基などの反応性基含有の有機基から 選択される1種または2種以上の炭素数1~20の1価の 基で、その90モル%以上がメチル基であることが好まし いものであり、aは5未満では表面平滑性に乏しい塗擦 感の良くないものとなるし、aの最大値は特に定めるも のではないが、実際に 5,000より大きいとシリコーンゴ ム球状微粒子の製造が困難となるために、aは5~5,00 0、好ましくは10~1,000 の数) で示される線状オルガ ノポリシロキサンブロックを有する分子の、ゴム弾性を

もつ球状の硬化物からなるものである。

【0008】また、この球状微粒子は平均粒径が  $0.1\mu$  m未満では粒子の流動性が低くなり、凝集性も高くなるし、 $100~\mu$ mを超えると得られる化粧料が伸展性に劣るものとなるため、これは平均粒径が  $0.1\sim100~\mu$ mのものとすることが好ましく、特に好ましい範囲は  $1\sim30\mu$ mである。

【〇〇〇9】このシリコーンゴム球状微粒子の製造における架橋方式としては、メトキシシリル基( $\equiv$ SiOCH $_3$ )とヒドロキシシリル基( $\equiv$ SiOH)との縮合反応、メルカプトシリル基( $\equiv$ SiSH)とビニルシリル基( $\equiv$ SiCH=C $_2$ )との付加反応、ビニルシリル基( $\equiv$ SiCH=CH $_2$ )と $_2$ )との付加反応によるものなどが例示されるが、反応性、反応工程上の点からは特に後者の付加反応によるものが好ましく、これには(a)ビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンを(c)白金系触媒の存在下で付加反応させ硬

化させる組成物を用いることが好ましい。

【〇〇1〇】上記(a)成分はシリコーンゴム球状微粒 子を与えるオルガノポリシロキサンの主成分であり、

(c) 成分の触媒作用により(b) 成分と付加反応して硬化する成分である。(a) 成分は1分子中にけい素原子に結合したビニル基を少なくとも2個有することが必要であり、このビニル基は分子のどの部分に存在してもよいが、分子の末端に存在することが好ましい。ビニル基以外のけい素原子に結合した有機基としては前述のR1と同様の1価の有機基から選択されるものが挙げられるが、その90モル%以上がメチル基であることが望ましい。また、このものの分子構造は直鎖状であっても少量の分岐が混在したものであってもよく、本成分の分子量も特に限定されるものではない。

【0011】この(a)成分としては、例えば下記の一般式

触媒の存在下で付加反応させ硬 【化1】  $R^1c$   $R^1c$ 

(ここでb及びcは0、1、2または3、且つb+c= 3であり、dは正数、eは0または正数、且つ2b+e ≥2である。)、

【化2】

 $\begin{bmatrix}
CH=CH_2 \\
Si-0 \\
R^1
\end{bmatrix}_{g}
\begin{bmatrix}
R^1 \\
Si-0 \\
R^1
\end{bmatrix}_{g}$ 

 $\left(\begin{array}{c} R^{1_1} \\ | \\ (CH_2=CH) \text{ }_{h}SiO_{1/2} \end{array}\right)$ 

(ここでhは1、2または3、iは0、1または2、且 つ(h+i)=3であり、j、k及びLは正数であ る。)などで示されるものが挙げられる。

【0012】つぎに上記の成分(b)は成分(a)の架橋剤であり、本成分中のけい素原子に結合した水素原子が成分(c)の触媒作用により成分(a)中のビニル基と付加反応して硬化する。従ってこの(b)成分は1分子中にけい素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有することが必要であり、この水素原子以外のけい素原子に結合した有機基は前述のRIと同様の1価の有機基から選択されるものであるが、その90モル%以上がメチル基であることが好ましい。この(b)成分の分子構造は特に限定されるものではなく、直鎖状、分岐状または環状の何れでも、またはこれらの混在したものであっても

(ここでfは2以上の整数、gは0または正の整数、且つ(f+g)は4~8である。)、 【化3】

4 (R12SiO1/2) # (SiO2) L

よく、分子量にも特に限定はないが、成分(a)との相溶性を良好にするために、25℃の粘度を1~10,000cPとすることが好ましい。また、この成分の添加量は(a)成分中のビニル基1個に対し本成分のけい素原子に結合した水素原子が 0.5個未満となるような量の場合には良好な硬化性を得にくく、水素原子が20個を超えるような量の場合には硬化後のゴムの物理的性質が低下するので、この水素原子が 0.5~20個、好ましくは 0.5~5個となる量とすればよい。

【0013】この成分(b)としては、例えば下記一般 式

【化4】

(H) 
$$_{\text{D}}$$
SiO  $\left\{\begin{matrix} R^{1} \\ I \\ Si - O \end{matrix}\right\}$   $\left\{\begin{matrix} H \\ I \\ Si - O \end{matrix}\right\}$   $\left\{\begin{matrix} R^{1} \\ I \\ I \end{matrix}\right\}$   $\left\{\begin{matrix} R^{1} \\ I \end{matrix}\right\}$   $\left\{\begin{matrix} R^{1} \\ I \end{matrix}\right\}$   $\left\{\begin{matrix} R^{1} \\ I \end{matrix}\right\}$ 

(ここでmは0または1、nは2または3、且0m+n=3であり、pは0または正数、qは0または正数、且 $02m+q \ge 2$ である。)、

#### 【化5】

$$\begin{bmatrix}
H \\
Si-0 \\
R^1
\end{bmatrix}_{r}
\begin{bmatrix}
R^1 \\
Si-0 \\
R^1
\end{bmatrix}_{s}$$

(ここでrは2以上の整数、sは0または正の整数、且 つ (r+s)は4~8である。)、

【化6】

$$\begin{pmatrix} R^{1}u \\ | \\ (H) \cdot SiO_{1/2} \end{pmatrix}_{\nabla} (R^{1}sSiO_{1/2})_{\nabla} (SiO_{2})_{\pi}$$

(ここでもは1、2または3、uは0、1または2、且 つ(t+u) = 3であり、v、w及びxは正の整数である。) などで示されるものが挙げられる。

【0014】成分(c)はけい素原子に結合したビニル基と、けい素原子に結合した水素原子とを付加反応させる触媒であり、例えば白金担持カーボンあるいはシリカ、塩化白金酸、白金ーオレフィン錯体、白金ーアルコール錯体、白金ーリン錯体、白金配位化合物等が挙げられる。この成分の使用量は、成分(a)に対し白金原子の量で1ppm未満では硬化が遅くなるうえ触媒毒の影響も受けやすい一方、100ppmを超えても特に硬化速度の向上等を期待することができず経済性の面で好ましくないので、1~100ppmとなる範囲が好ましい。

【0015】シリコーンゴム球状微粒子は、上記した(a)成分を(c)成分の存在下で(b)成分と付加反応させて硬化させる際に、球状微粒子とすることにより製造できるが、これには(a)成分、(b)成分及び(c)成分の混合物を高温のスプレードライ中に硬化させる方法、有機溶媒中で硬化させる方法、エマルジョン状の混合物としたのち硬化させる方法などがある。これらの中では、本発明に用いられる複合シリコーン粉体の製造においてシリコーンゴム球状微粒子を水分散液として使用するとよいことから、エマルジョン状の混合物としたのちエマルジョン粒子中で硬化させる方法とすることが好ましい。

【0016】この方法においては、まず上記した(a) 成分としてのビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b) 成分としてのオルガノハイドロジェンポリシロキサンの所定量を混合してオルガノポリシロキサン組成物

を調製し、次いで得られた組成物に水と界面活性剤を添加した上で、市販のホモミキサーなどを用いてこれをエマルジョン化する。ここに使用する界面活性剤としては、硬化反応に悪影響を及ぼすことの少ないポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル及びグリセリン脂肪酸エステルなどのノニオン系界面活性剤から選択することが好ましい。界面活性剤の添加量はエマルジョン 100重量部に対して0.01重量部より少ないと微細な粒子とすることができず、20重量部より少ないと微細な粒子とすることができず、20重量部より多くすると後記する後工程でのポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆させることが困難となるので、0.01~20重量部の範囲とすることが必要であるが、好ましい範囲は0.05~10重量部である。

【0017】また、このエマルジョン中における上記した(a)成分としてのビニル基含有オルガノボリシロキサンと(b)成分としてのオルガノハイドロジェンボリシロキサンの含有量は、これらがエマルジョン 100重量部中に1重量部より少ないと効率的に不利となるし、80重量部より多くすると独立した硬化粒子のエマルジョンとすることができなくなるので、1~80重量部の範囲、より好ましくは10~60重量部の範囲とするのがよい。なお、このシリコーンゴム球状微粒子中にシリコーンオイル、シラン、無機系粉末、有機系粉末などを含有させる場合には、このエマルジョン化をする際に(a)成分と(b)成分からなるオルガノボリシロキサン組成物中にこれらを混合しておけばよい。

【0018】このようにして調製されたエマルジョンは、ついで(c)成分としての白金系触媒を添加してオルガノポリシロキサンを硬化させることによりシリコーンゴム硬化物の分散体とする。この白金系触媒には公知の反応制御剤を添加してもよいし、白金系触媒及び反応制御剤が水に分散し難いものである場合には界面活性剤を用いて水分散が可能となるようにしてから添加してもよい。このように触媒で硬化させることにより平均粒径が 0.1~100 μmであるシリコーンゴム球状微粒子の水性分散液を得ることができる。

【0019】本発明に用いられる複合シリコーン粉体は このシリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセス キオキサン樹脂が被覆されたものであるが、このポリオ ルガノシルセスキオキサンはつぎの一般式(2)

 $R^2SiO_{3/2}\cdots\cdots$  (2)

で示されるシロキサン単位を構成単位とする樹脂状の重合物である。この式中の $R^2$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、ピニル基、アリル基などのアルケニル基、 $\beta$ -フェニルエチル基、 $\beta$ -フェニルプロピル基などのアラルキル基、クロロメチル基、3、3、3-トリフルオロプロピル基などの1個ハロゲン化炭化水素基、さらにはエボキシ基、アミノ基、メルカプト基、

アクリロキシ基、メタクリロキシ基などの反応性基を有する1価の有機基から選択される1種または2種以上からなる炭素数1~20個の有機基である。なお、この $R^2$ はその50モル%以上がメチル基であることが好ましく、上記した $R^2$ SiO $_{3/2}$ 単位の他にその被覆性を損なわない範囲で少量の  $R^2$ 2SiO $_{2/2}$ 単位、  $R^2$ 3SiO $_{1/2}$ 単位、SiO $_{2}$ 单位が含有されていてもよい。

【0020】このポリオルガノシルセスキオキサン樹脂 はシリコーンゴム球状微粒子の表面全面を均一に被覆し ていてもよいし、表面の一部を被覆していてもよいが、 このポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の量はこれが シリコーンゴム球状微粒子の100重量部に対し1重量部 未満では得られる複合シリコーン粉体の流動性、分散性 が乏しくなり、500重量部より多くなると得られる化粧 料の塗擦感が劣るものとなるので、1~500重量部とす ること、特には5~100重量部とすることが好ましい。 【0021】つぎに、本発明に用いられる複合シリコー ン粉体の製造方法としては、前記したように平均粒径が 0.1~100 µmであるシリコーンゴム球状微粒子の水性 分散液に、アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオ ルガノトリアルコキシシランを添加してオルガノトリア ルコキシシランを加水分解、縮合反応させる方法がよい が、その場合にはシリコーンゴム球状微粒子は水に分散 した形で使用されるので、これには前記した方法で製造 された水分散液をそのまま使用してもよいし、これをさ らに水で希釈して使用してもよい。なお、このシリコー ンゴム球状微粒子の水性分散液 100重量部中におけるシ リコーンゴム微粒子の量は、これが1重量部未満では目 的とする複合シリコーン粉体の生成効率が低くなるし、 60重量部より多くするとポリオルガノシルセスキオキサ ン樹脂をシリコーンゴム球状微粒子に被覆させることが 困難となり、粒子の凝集、融着が生じることもあるの で、これは1~60重量部の範囲、好ましくは5~40重量 部とすることがよい。

【0022】また、この水分散液中におけるシリコーン ゴム球状微粒子の分散性を上げるため、また後記するポ リオルガノシルセスキオキサン樹脂のシリコーンゴム球 状微粒子表面への均一な被覆のために、この水分散液に は界面活性剤を添加してもよい。この界面活性剤の種類 については特に制限はなく、これには例えば第4級アン モニウム塩、アルキルアミン塩等の陽イオン系界面活性 剤、アルキルベタイン等の両性イオン系界面活性剤、ポ リオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレ ンアルキルフェニルエーテル、ソルビタン脂肪酸エステ ル、グリセリン脂肪酸エステル等の非イオン系界面活性 剤、有機スルホン酸塩、アルキル硫酸塩エステル等の陰 イオン系界面活性剤などが挙げられるが、これらの中の 1種または2種以上を使用することができる。これには シリコーンゴム球状微粒子の水性分散液を製造する際に 用いた界面活性剤をそのままで充てることもできる。

【0023】シリコーンゴム球状微粒子の水性分散液に添加するアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液は、後記するオルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合を促進させるために使用されるものである。アルカリ性物質またはアルカリ性水溶液の添加後の水性分散液のPHが10.0よりも低いと、オルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合が十分に進行せず、またそれに伴って粒子相互の融着を生じる場合もあり、またPHが13.0よりも高いと、オルガノトリアルコキシシランの加水分解速度が大きくなりすぎるため、シリコーンゴム球状微粒子表面以外の部分で加水分解反応を生じ、シリコーンゴム球状微粒子表面以外の部分で加水分解反応を生じ、シリコーンが上球状微粒子表面上にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を効率よく生成させることが困難となるので、PHが10.0~13.0、特に10.5~12.5の範囲となるようにするのが好適である。

【0024】このアルカリ性物質またはアルカリ性水溶 液は、オルガノトリアルコキシシランの加水分解と縮合 反応の触媒作用を有する限り任意のものであってよい が、通常は、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸 化リチウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化カルシウ ム、水酸化バリウム等のアルカリ土類金属水酸化物、炭 酸カリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ金属炭酸塩、 アンモニアまたはモノメチルアミン、ジメチルアミン、 モノエチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン 等のアミン類、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 等の四級アンモニウムヒドロキシドなどとすればよく、 これらの中では水への溶解性、触媒活性に優れ、かつ揮 発させることにより複合シリコーン粉体から容易に除去 可能であることからアンモニアが最も好適であり、これ には一般に市販されているアンモニア水溶液(濃度28重 量%)を用いればよい。

【0025】また、オルガノトリアルコキシシランは加水分解、縮合反応させて、シリコーンゴム球状微粒子表面にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を形成させるためのものであるが、このオルガノトリアルコキシシランとしては一般式(3)

 $R^2Si(OR^3)_3 \cdot \cdot \cdot \cdot (3)$ 

(ここに $R^2$ は前記と同じ1価の有機基、 $R^3$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの炭素数1~6のアルキル基)で表されるもの、例えばメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリ ボキシシラン、メチルトリブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、アーグリシドキシアロピルトリメトキシシラン、アーグリシドキシアロピルトリメトキシシラン、アーメタクリロキシアロピルトリメトキシシラン、アーメルカプトプロピルトリメトキシシラン、アーメルカプトプロピルトリメトキシシラン、3、3、4、4、5、5、6、6、1000円のサントリメトキシシラン、3、3、4、4、5、5、5、6、1

6,6-ノナフロロヘキシルトリメトキシシラン、3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-ヘプタデカフロロデシルトリメトキシシラン等を、単独あるいは2種以上の組合せで使用することができる。

【0026】このオルガノトリアルコキシシランの添加量は、シリコーンゴム球状微粒子の水性分散液の水 100重量部に対して、これが多すぎると塊状物の発生するおそれがあるので、20重量部以下とすることがよい。また、加水分解と縮合時に投拌があまり強いと、特にオルガノトリアルコキシシランの使用量が多い時に、粒子同士の凝集あるいは融着を生じる傾向があるので、できるだけ穏やかな条件で投拌を行うことが好ましい。用いる投拌装置としては、一般にプロペラ翼、平板翼等が好適である。なお、反応温度は0℃未満では液が凝固してしまい、60℃より高くすると生成したポリオルガノシルセスキオキサンのみからなる粒子が生成し、粒子相互が凝集あるいは融着することがあるので、0~60℃、特には5~20℃の範囲とすることがよい。

【0027】加水分解、縮合反応のためのアルカリ性物 質またはアルカリ性水溶液の添加はオルガノトリアルコ キシシランの添加と同時に行っても、オルガノトリアル コキシシラン添加後のいずれで行ってもよいが、オルガ ノトリアルコキシシランの添加量が多い場合には予めシ リコーンゴム球状微粒子の水性分散液に添加しておくの がよい。オルガノトリアルコキシシランは反応系に一度 に全量添加してもよいが、その量が多いときにはこれを 一度に添加すると粒子相互に凝集あるいは融着が生ずる ことがあるので、時間をかけて徐々に少量ずつ添加する のがよい。反応中における撹拌はオルガノトリアルコキ シシランの添加終了後も、加水分解、縮合反応が完結す るまではしばらく継続しておくのがよいが、この加水分 解、縮合反応を完結させるためには加熱を行ってもよ く、さらに必要であれば反応終了後に酸性物質を添加し て中和を行ってもよい。

【0028】反応終了後は、例えば加熱脱水、ろ過、遠心分離、デカンテーション等の方法により分散液を濃縮した後に必要に応じて水洗を行い、さらに常圧もしくは減圧下での加熱乾燥、気流中に分散液を噴霧するスプレードライ、流動熱媒体を使用しての加熱乾燥などにより水分の除去を行えば、シリコーンゴム球状微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆した目的とする複合シリコーン粉体が得られるが、得られたものが若干凝集を生じている場合には、ジェットミル、ボールミル、ハンマーミルなどの粉砕機を適宜使用して解砕を行ってもよい。

【0029】本発明の化粧料には、上記の複合シリコーン粉体の他に、一般的に用いられる粉体類、結合油剤、 界面活性剤、香料、防腐剤、溶剤などを任意に配合する ことができる。

【0030】本発明の化粧料の製造は従来公知の方法で 行えばよい。例えば、前記複合シリコーン粉体を他の粉 体類とともにヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、 V-ブレンダー、らいかい機、ナウターミキサーなどの 混合機を用いて混合すればよい。さらにこの混合物を別 途に溶解あるいは分散混合した結合油剤、界面活性剤な どと、リボンブレンダー、プラネタリーミキサーなどを 用いて混合すればよい。その後に必要に応じてプレス成 形等を行い化粧料を得ることができる。また、本発明の 化粧料としては、ファンデーション類、各種クリーム 類、防臭パウダー、プレストパウダー、おしろいパウダ 一、ひげそりパウダーなどのパウダー製品類、口紅、ア イシャドウ、マスカラ、アイライナーなどのメイクアッ プ化粧料、ドライシャンプー、化粧落としなどの洗浄料 類、ロールオン、スプレーなどの各種制汗剤等が挙げら れるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### [0031]

【発明の実施の形態】次に本発明の実施の形態を例を挙げて説明する。なお、例中の部は重量部を、%は重量%を示す。また、粘度は25℃における測定値を示す。

### [製造例1]式

【化7】

で示される粘度が 600cSt のメチルビニルシロキサン50 0gと、式

で示される粘度が30cSt のメチルハイドロジェンポリシロキサン 20gを、容量1リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合したのち、ポリオキシエチレン (付加モル数=9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起り増粘が認められたが、さらにそのままで2,000rpmで攪拌を行いながら水329gを加えたところ、〇/W型エマルジョンが得られた。

【0032】ついで、このエマルジョンを錨型攪拌翼による撹拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量0.05%)1gとポリオキシエチレン(付加モル数=9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加

し、12時間反応を行ったところ、分散液(以下シリコーンゴム球状微粒子水分散液-1と呼称)が得られたが、この分散液中の粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ15μmであった。

【0033】3リットルのガラスフラスコに水2,290g、上記で得られたシリコーンゴム球状做粒子水分散液-1を580g、およびアンモニア水(濃度28重量%)60gを仕込み、水温を10℃とし、翼回転数200rpmの条件で錯型攪拌翼により攪拌を行った。このときの液のHは11.2であったが、この液にメチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下し、この間液温を5~15℃に保ち、さらに4時間攪拌を行ったのち、55~60℃まで加熱し、引き続き1時間攪拌を行い、得られた液を加圧ろ過器を用いて水約30%のケーキ状物とした。

【0034】ついで、このケーキ状物を熱風循環乾燥機中で 105℃の温度で乾燥し、乾燥物をジェットミルで解砕した。得られたシリコーン粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ15μmであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子 100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体(複合シリコーン粉体-1と呼称する)は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0035】[製造例2]製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとアーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは製造例1と同様にしてシリコーン粉体を作製した。得られた粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ15μmであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が11重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体(複合シリコーン粉体・2と呼称する)は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0036】[製造例3]前記した製造例1におけるO/W型エマルジョン作製時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数=9モル)オクチルフェニルエーテル18を58とし、製造例1と同様にしてシリコーンゴム球状微粒子水分散液(以下、シリコーンゴム球状微粒子水分散液-2と呼称)を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ3μmであった。このシリコーンゴム球状微粒子水分散液-2をシリコーンゴム球状微粒子水分散液-1の代りに使

用したほかは、製造例1と同様にしてシリコーン粉体を作製した。得られた粉体を光学顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認されたが、これについては界面活性剤を用いて水に分散させてその平均粒径をコールターカウンターを用いて測定したところ3μmであった。また、このシリコーン粉体は重量分析により、シリコーンゴム球状微粒子 100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部被覆されたものであった。この得られたシリコーン粉体(複合シリコーン粉体-3と呼称する)は手指間で擦り合せたとき極めて平滑性に富むものであった。

【0037】[実施例1]下記の成分を用いてファンデーションを作製した。

| 成分1:タルク        | 61.0部 |
|----------------|-------|
| 陰化チタン          | 10.0部 |
| 初合シリコーン份体−1    | 10.0部 |
| 成分2:ステアリン磁     | 1.5部  |
| モノステアリン設グリセリン  | 0.5部  |
| ミリスチルアルコール     | 0.5部  |
| 流いパラフィン        | 15.0部 |
| 成分3:トリエタノールアミン | 0.5部  |
| ポリエチレングリコール    | 1.0部  |
| 防磨剤            | 透丘    |
| 香料             | 查丘    |

【0038】 [比較例1] 実施例1において複合シリコーン粉体-1 10.0部の代わりにセリサイト10.0部を用いた他は実施例1と同様にしてファンデーションを得た。

【0039】 [実施例2] 下記の成分を用いてアイシャドウを作製した。

| 成分1:マイカチタン         | 60.0部 |
|--------------------|-------|
| <b>複合シリコーン份体−2</b> | 15.0部 |
| ラウリン②亞伯            | 10.0部 |
| 成分2:流勁パラフィン        | 10.0部 |
| パルミチンロオクチル         | 5.0部  |
| 歐化防止劑              | 查包    |
| 防鹰翔                | 商品    |
| 音傳                 |       |

成分1をヘンシェルミキサーに入れ5分間混合した。これに均一に混合溶解した成分2を加えてリボンミキサー で混合後、粉砕して均一物とした。ついでプレス成形して製品とした。

【0040】 [比较例2] 製造例1において得られたシ リコーンゴム球状微粒子水分散液-1を、加圧ろ過によ り含水量約30%のケーキ状物にした後、熱風循環式乾燥 機中で 105℃で乾燥し、得られたシリコーン粉体を光学 顕微鏡で観察したところ、これは球状であることが確認 されたが、これについて製造例1と同様に平均粒径を測 定したところ15μmであった。得られたシリコーン粉体・ をシリコーンゴム粉体-1と呼称する。実施例2におい て複合シリコーン粉体-2 15.0部の代わりにシリコー ンゴム粉体-1 15.0部を用いた他は実施例2と同様に してアイシャドウを得た。

【0041】 [実施例3] 下記の成分を用いて防臭パウダーを作製した。

| 成分1:酸化亜鉛    | 5.0部  |
|-------------|-------|
| トリクロサン      | 0.1部  |
| タルク         | 84.9部 |
| 複合シリコーン粉体-3 | 5.0部  |
| 成分2:流動パラフィン | 5.0部  |
| 香料          | 遊量    |

成分1をヘンシェルミキサーに入れ5分間混合した。これに、予め均一溶解した成分2を噴霧し、粉砕を行い製品とした。

【0042】 [比較例3] 実施例3において複合シリコーン粉体-3 5.0部を球状ポリメチルシルセスキオキ

サン粉体(平均粒径3 μm)に代えた他は実施例3と同様にして防臭パウダーを得た。

【0043】以上の実施例及び比較例で得られた化粧料について、女性10名により使用テストを行った。評価結果は表1のとおりであるが、表中の数値は各評価項目について良好と評価した人数を示す。

【表1】

| ضNo. | 伸展性 | 塗擦感 |
|------|-----|-----|
| 実施例1 | 10  | 10  |
| ル 2  | 10  | 10  |
| ル 3  | 9   | 9   |
| 比較例1 | 5   | 6   |
| # 2  | 4   | 4   |
| # 3  | 6   | 5   |

## [0044]

【発明の効果】本発明の化粧料は、シリコーンゴム球状 微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン樹脂を被覆し た複合シリコーン粉体を含有することを特徴とするが、 これにより、伸展性と塗擦感に優れたものとなる。